

Найденные значения близки к заявленному содержанию и согласуются с результатами метода ВЭЖХ

1. Тумашов А.А., Артемьев Г.А., Русинов В.Л. и др. Количественное определение противовирусного препарата Триазавирин® с использованием метода ВЭЖХ // Разработка и регистрация лекарственных средств. 2014. Т. 6, № 1. С. 70–73.

Работа выполнена в рамках программы поддержки ведущих университетов Российской Федерации в целях повышения их конкурентоспособности № 211 Правительства Российской Федерации № 02.А03.21.0006

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ ПЛАТИНОВОЙ ГРУППЫ В УГЛИСТЫХ СЛАНЦАХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Курмачёв Ю.А., Пупышев А.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Определение элементов платиновой группы (ЭПГ) в углистых сланцах является перспективной задачей, так как данные минералы являются нетрадиционным, но очень перспективным сырьем для извлечения платиновых металлов. Но органический углерод (содержание в сланцах до нескольких массовых процентов) обволакивает акцессорные фазы, вследствие чего эти минералы становятся инертными к действию кислот [1]. Поэтому особое внимание необходимо уделять операциям кислотного разложения проб при подготовке углистых сланцев к инструментальному анализу.

Для определения оптимальной температуры стадии термической обработки удаления углеродистого вещества из пробы был проведен термический анализ стандартного образца углистого сланца марки СЛг-1 с помощью термоанализатора. Установлено, что полное выгорание углерода происходит в интервале температур 800-850°С. Разложение предварительно обожженных углистых сланцев проводили путем кислотного вскрытия в автоклавах под действием микроволнового излучения. Полноту вскрытия проб контролировали методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, позволяющем проводить с высокой чувствительностью одновременный многоэлементный анализ в присутствии сложной матрицы пробы.

Для повышения чувствительности определений и снижения матричных помех при проведении электротермического атомно-абсорбционного анализа (ЭТ ААС) предложена методика группового извлечение ЭПГ и золота из анализируемых растворов. В качестве реагента для отделения от матрицы пробы и концентрирования определяемых элементов был выбран полимерный гетероцепной комплексобразующий S,N-содержащий сорбент (бис((пергидро(1,3,5-дитиазин))-5-ил)этан). Данный сорбент достаточно хорошо извлекает именно ЭПГ и золото из растворов сложных проб, не сорбируя при этом матричные компоненты [2]. Изучены зависимости степени сорбции элементов от времени сорбции, кислотности раствора по HCl, а также количества лабилизирующей добавки SnCl₂. Экспериментально полученные оптимальные значения составили 90 минут, 3М HCl, 200 мг SnCl₂. Степень сорбции ЭПГ в данных условиях составила 85-100 %.

Определены оптимальные условия электротермического атомно-абсорбционного определения для каждого аналита (температура стадии высушивания пробы, пиролиза и атомизации) с использованием спектрометра высокого разрешения с непрерывным источником спектра ContrAA 700 фирмы Analytik Jena.

В результате исследований разработана методика кислотного вскрытия углистых сланцев, группового извлечения ЭПГ и золота с использованием S,N-содержащего сорбента и их определения методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии.

1. Аношкина Ю.В., Асочакова О.В. Оптимизация условий пробоподготовки углеродистых геологических проб для последующего анализа методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Аналитика и контроль. 2013. Т. 17, № 1. С. 47–58.

2. О.А. Дальнова и др. Сорбционно-атомно-абсорбционное определение платины, палладия и родия в отработанных автокатализаторах // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. № 8. С. 18–22.